

26



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 054 427** ⁽¹³⁾ **C1**
 (51) МПК⁶ **C 07 D 401/12, 213/71, A 01 N**
47/36

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
 ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 5010744/04, 23.01.1992
 (30) Приоритет: 24.01.1991 JP 3-85718
 12.07.1991 JP 3-265553
 (46) Дата публикации: 20.02.1996
 (56) Ссылки: Патент США N 4946494, кл. C 07D
 401/12, 1990.

(71) Заявитель:
 Исихара Сангио Кайся, Лтд (JP)
 (72) Изобретатель: Нобуюки Сакасита[JP],
 Тосио Накадзима[JP], Сигео
 Мураи[JP], Тсунезо Есида[JP], Юдзи
 Накамура[JP], Сооити Хонзава[JP]
 (73) Патентообладатель:
 Исихара Сангио Кайся, Лтд (JP)

(54) ЗАМЕЩЕННЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ ПИРИДИНСУЛЬФОАМИДА, ГЕРБИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ,
 ПРОИЗВОДНЫЕ ПИРИДИНСУЛЬФОАМИДА

(57) Реферат:
 Использование: в сельском хозяйстве в
 качестве гербицидных средств. Сущность
 изобретения: продукт - замещенные
 производные пиридинсульфонамида
 формулы I, указанной в тексте описания, где
 R₁ - C₁₋₅-алкил, C₁₋₃-гомогеналкил,
 C₁₋₂-алкоксил, C₁₋₂-алкил, винил,

C₃₋₆-циклоаксил, фенил. Продукт -
 производное пиридинсульфонамида формулы
 II, указанной в тексте описания, где R₁ имеет
 указанные значения. Гербицидная композиция
 с использованием соединений формулы I в
 количестве 1 - 75 мас.ч. 3 с. и 1 з. п.
 ф-лы, 8 табл.

RU 2 054 427 C1

RU 2 054 427 C1

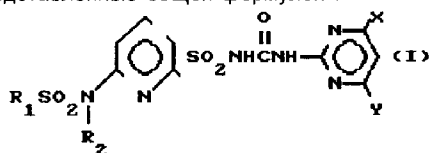
Изобретение относится к области производных пиридинсульфонамидов, в частности к замещенным производным пиридинсульфонамидам формулы I, гербицидной композиции, производному пиридинсульфонамида формулы II.

Известны производные пиридинсульфонилмочевины. Однако их гербицидная активность недостаточно высока.

Целью изобретения является изыскание новых соединений, обладающих более высокой гербицидной активностью и позволяющих получить гербицидные композиции на их основе, а также изыскание новых промежуточных соединений.

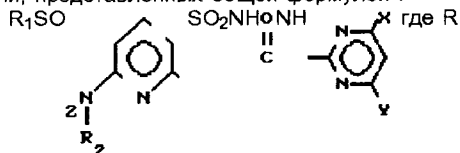
Поставленная цель достигается предложенными соединениями I, II и гербицидной композицией.

В соответствии с одним из аспектов изобретения дается замещенное производное пиридинсульфонамида или его соль, представленные общей формулой I



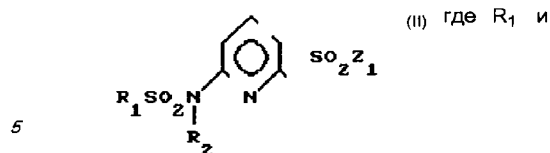
где R₁ и R₂ могут быть каждый независимо членом, выбранным из группы, включающей: незамещенные или замещенные алкильные группы, незамещенные или замещенные алкенильные группы, незамещенные или замещенные циклоалкильные группы и незамещенные или замещенные фенильные группы или соединяются друг с другом с образованием -(CH₂)_n-группы, в которой n целое число 2-5, X и Y каждый независимо представляет член, выбранный из группы, включающей алкильные группы и алкоксигруппы.

Согласно другому аспекту изобретения дается способ получения замещенного производного пиридинсульфонамида или его соли, представленные общей формулой I

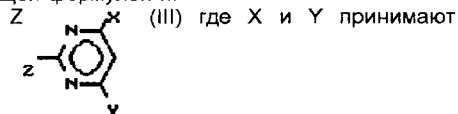


членом, выбранным из группы, включающей: замещенные алкильные группы, незамещенные или замещенные алкенильные группы, незамещенные или замещенные циклоалкильные группы, незамещенные или замещенные фенильные группы либо соединяются друг с другом с образованием -(CH₂)_n-группы, в которой n целое число 2-5; X и Y каждый независимо является членом, выбранным из группы, включающей алкильные группы и алкоксигруппы, способ заключается в реакции замещенного производного пиридина, представленного общей формулой II

членом, выбранным из группы, включающей: замещенные алкильные группы, незамещенные или замещенные алкенильные группы, незамещенные или замещенные циклоалкильные группы, незамещенные или замещенные фенильные группы либо соединяются друг с другом с образованием -(CH₂)_n-группы, в которой n целое число 2-5; X и Y каждый независимо является членом, выбранным из группы, включающей алкильные группы и алкоксигруппы, способ заключается в реакции замещенного производного пиридина, представленного общей формулой II

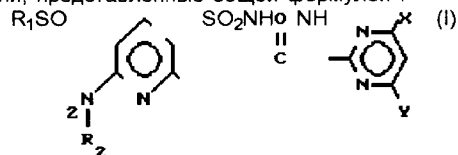


R₂ принимают указанные значения и Z₁ является членом, выбранным из группы, включающей -NH₂ группы, -NCO группу и -NHCO₂R₃ группы, где R₃- алкил или арил, с производным пиримидина, представленным общей формулой III



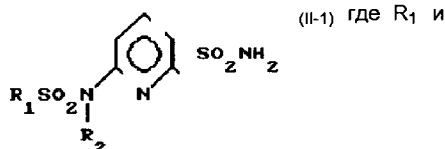
указанные значения и Z₂ представляет -NH₂ группы, когда Z₁ NCO группа или -NHCO₂R₃ группа, и является членом, выбранным из группы, включающей: -NCO группу и NHCO₂R₃ группу, где R₃ принимает указанные значения, если Z₁ -NH₂ группа.

Согласно еще одному аспекту изобретения дается гербицид, содержащий в качестве активного компонента замещение производное пиридинсульфонамида или его соли, представленные общей формулой I



где R₁ и R₂ могут быть либо каждый независимо членом, выбранным из группы, включающей: незамещенные или замещенные алкильные группы, незамещенные или замещенные алкенильные группы, незамещенные или замещенные циклоалкильные группы и незамещенные или замещенные фенильные группы, либо соединяются друг с другом с образованием -(CH₂)_n-группы, в которой n целое число 2-5; X и Y каждый независимо является членом, выбранным из группы, включающей алкильные группы и алкоксигруппы.

Согласно дополнительному аспекту изобретения дается замещенное производное пиридина, представленное общей формулой II-1



R₂ могут быть либо каждый независимо членом, выбранным из группы, включающей: незамещенные или замещенные алкильные группы, незамещенные или замещенные алкенильные группы, незамещенные или замещенные циклоалкильные группы и незамещенные или замещенные фенильные группы, либо соединяются друг с другом с образованием -(CH₂)_n-группы, в которой n целое число 2-5.

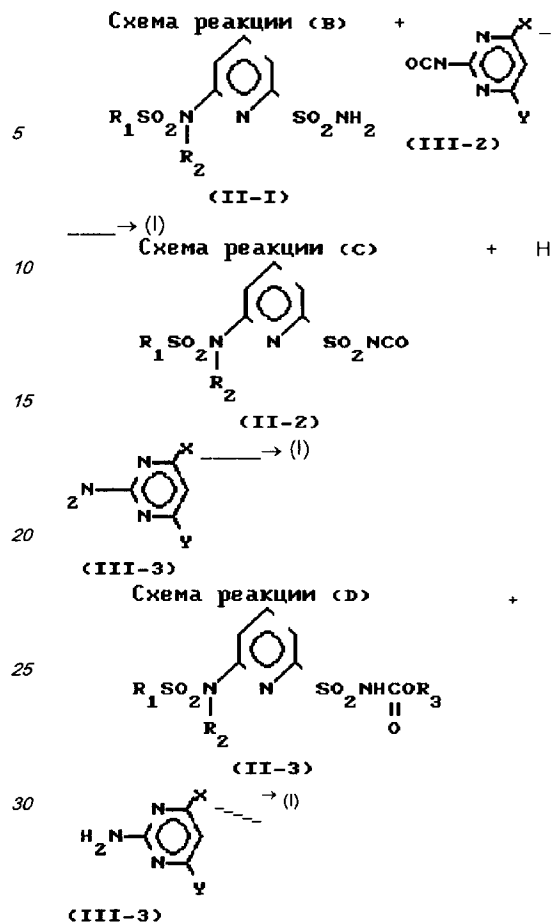
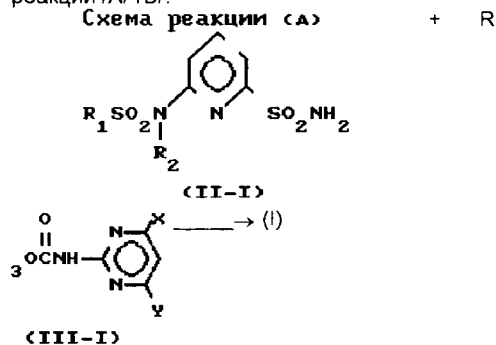
В определениях R₁ и R₂ в общей формуле (I) заместители, которые могут содержаться в замещенных алкильных группах и замещенных алкенильных группах, включают

атомы галогена, алкоксигруппы и т.д. заместители, которые могут содержаться в замещенных циклоалкильных группах, включают атомы галогена, алкильные группы, алкоксигруппы и т.д. и заместители, которые могут содержаться в замещенных фенильных группах, включают атомы галогена, алкильные группы, галоидалкильные группы, нитрогруппы и т.д. Число заместителей, содержащихся в такой замещенной группе, может равняться единице или двум и более, в этом случае заместители могут быть одинаковыми или отличаться друг от друга. То же самое справедливо и для заместителей, которые, в свою очередь, могут содержаться в упомянутых заместителях, замещающих замещенные группы, представленные R_1 и R_2 .

В общей формуле (I) алкильные группы, также как и алкильные фрагменты, которые могут быть включены в определения R_1 , R_2 , X и Y, включают группы с 1-5 атомами углерода, такие как метил, этил, пропил, бутил, пентил, которые могут быть линейными или разветвленными с точки зрения изомерии алифатической цепи. Алкенильная группа, которая может быть включена в определение R_1 включает группу, такую как винил. Циклоалкильные группы, которые могут быть включены в определения R_1 и R_2 , включают группы с 3-6 атомами углерода, такие как циклопропил, циклобутил, циклопентил и циклогексил. Атомы галогена, которые могут быть включены в значения R_1 и R_2 , включают атомы фтора, хлора, брома и йода.

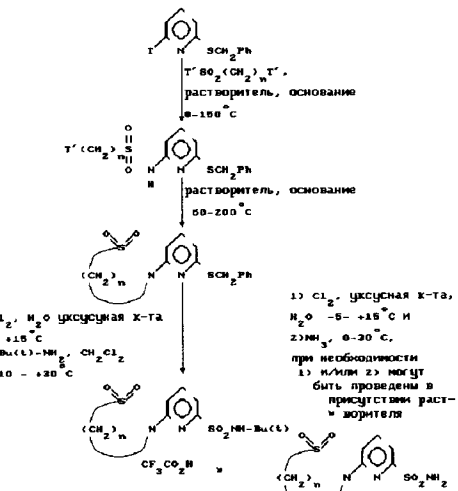
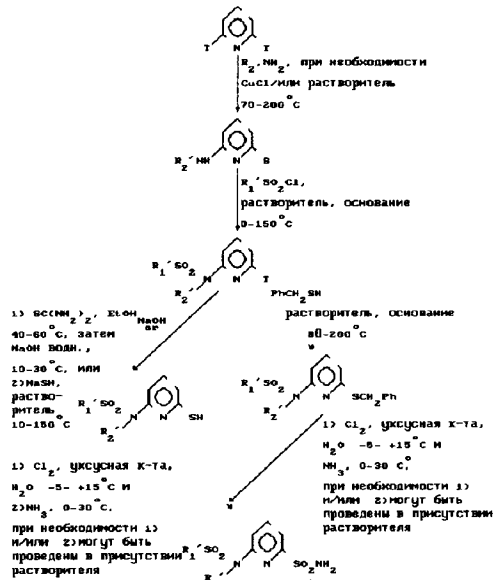
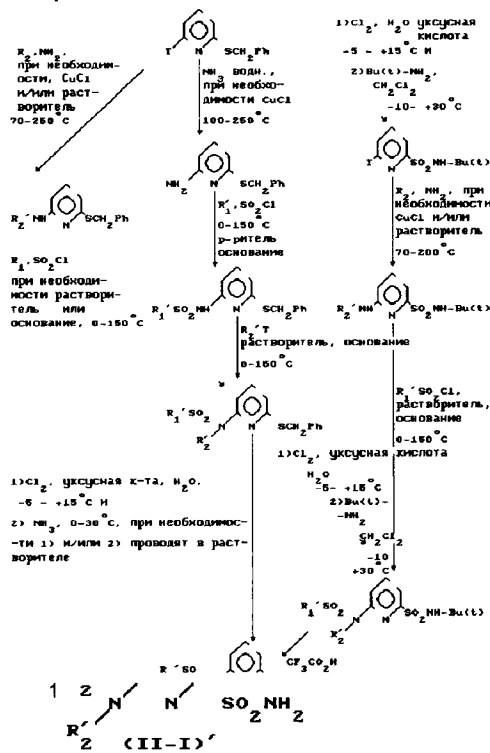
Из соединений формулы (I) замещенные производные пиридинсульфонилмочевины могут включать ряд соединений оптических изомеров в зависимости от заместителя(лей) R_1 и/или R_2 ; к числу наиболее предпочтительных соединений относятся: 6-[(N-этил-N-метил-сульфонил)амино]-N-[[4,6-диметоксипиримидин-2-ил)амино]карбонил]-2-пиридинсульфонамид (соединение 2), 6-[(N-этил-N-этилсульфонил)амино]-N-[[4,6-диметоксипиримидин-2-ил)амино]карбонил]-2-пиридинсульфонамид (соединение 18), и 6-[(N-этил-N-изопропилсульфонил)амино]-N-[[4,6-диметоксипиримидин-2-ил)амино]карбонил]-2-пиридинсульфонамид (соединение 22).

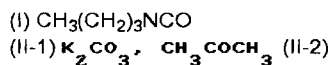
Замещенное производное пиридинсульфонамида общей формулы (I) может быть получено, например, предлагаемым способом воплощение которого отражено следующими схемами реакций /A/-/D/:



На схемах реакций /A/-/D/ R_1 , R_2 , X и Y принимают указанные значения и R_3 -алкил или арил. Алкильная группа, включающая в определение R_3 , может быть любой алкильной группой, охарактеризованной в связи с определениями R_1 , R_2 , X и Y. В качестве арильной группы, включенной в определение R_3 , можно упомянуть фенил, фенил, замещенный, по меньшей мере, одним атомом хлора, фенил, замещенный, по меньшей мере, одним метилом, нафтил и т.д. Реакцию /A/ проводят в присутствии основания, реакции /B/, /C/ и /D/ при желании также могут быть проведены в присутствии основания. Примеры таких оснований включают третичные амины, такие как триэтиламин и 1,8-диазобисцикло[5.4.0]-7-ундецен.

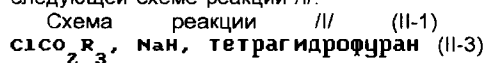
Реакции /A/, /B/, /C/ и /D/ могут быть проведены в присутствии растворителя, если необходимо. Примеры растворителей включают: незамещенные или замещенные ароматические углеводороды, такие как бензол, толуол, ксилол и хлорбензол; незамещенные или замещенные циклические или ациклические алифатические углеводороды, такие как хлороформ, четыреххлористый углерод, хлористый метилен, дихлорэтан, трихлорэтан, гексан и циклогексан; простые эфиры, такие как диэтиловый эфир, диоксан и тетрагидрофуран; нитрилы, такие как ацетонитрил, пропониитрил и акрилонитрил; сложные эфиры, такие как метилацетат и этилацетат; апротонные полярные





(2) COCl_2 , ксилол

Исходное соединение, представленное на схеме реакции /D/ формулой (II-3), может быть синтезировано, например, согласно следующей схеме реакции /I/:



R_1, R_2 и R_3 на схемах реакций /H/ и // принимают указанные значения.

Условия реакций /E/-//, которые включают температуру реакции, время реакции, применение или не применение, а также вид и количества растворителя (при желании используют), вид и количество основания, могут обычно быть легко выбраны по аналогии с условиями реакции для подобных реакций, если нет особых указаний. Соль упомянутого замещенного производного пиридинсульфонамида может быть легко получена по обычной методике.

Примеры служат для более подборной иллюстрации изобретения, но их не следует рассматривать, как ограничивающие объем изобретения.

Пример синтеза 1. Синтез 6-[(N-этил-N-метилсульфонил)амино]-N-[(4,6-диметоксипиридин-2-ил)амино]карбонил-2-пиридинсульфонамида (соединение 2 в табл.2).

1) В автоклаве смешивают 13 г 2-бензилтио-6-бромпиридина, 80 мл водного аммиака (примерно 40 мас.) и каталитическое количество хлорида меди (I) и нагревают 4 ч при 120°C. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт промывают водой, сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (1:3) и получением 5,7 г 2-амино-6-бензилтиопиридина, температура плавления 65-66°C.

2) Смешивают 5,75 г 2-амино-6-бензилтиопиридина и 86 мл тетрагидрофурана, к смеси добавляют 1,67 г порошковой гидроокиси калия и затем перемешивают при комнатной температуре. Полученную смесь охлаждают льдом и к охлажденной смеси по каплям прибавляют 6,1 г метансульфонилхлорида, после чего реакционную смесь перемешивают около суток при комнатной температуре. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (1:1) и получением 1,5 г N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)метансульфонамида с температурой плавления 123-125°C.

3) Полученный на предыдущей стадии N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)метансульфонамид (1 г) смешивают с 15 мл тетрагидрофурана, полученную смесь охлаждают льдом, добавляют 0,15 г гидроксида натрия (60 мас.), и смесь перемешивают при

комнатной температуре. Затем к смеси добавляют 3,56 г этилиодида и полученную смесь кипятят примерно сутки. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду, слабо подкисляют соляной кислотой и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (1:1) и получением 0,8 г белых кристаллов N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)-N-этилметансульфонамида.

4) Полученный на предыдущей стадии 3 N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)-N-этилметансульфонамид (0,8 г) смешивают с 10 мл уксусной кислоты и 10 мл воды, полученную смесь охлаждают в интервале от -5 до 0°C и через охлажденную смесь пропускают газообразный хлор. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт промывают водой, сушат над безводным сульфатом натрия, после чего через него в течение часа пропускают при комнатной температуре газообразный аммиак. После завершения реакции реакционную смесь фильтруют, фильтрат концентрируют при пониженном давлении и оставляют на некоторое время. Последующим промыванием затвердевшего остатка этилацетатом и n-гексаном получают 0,62 г 6-[(N-этил-N-метилсульфонил)амино]-2-пиридинсульфонамида (промежуточное соединение 2 в табл.1) с температурой плавления 140-143°C.

5) Полученный на стадии 4 6-[(N-этил-N-метилсульфонил)амино]-2-пиридинсульфонамид (0,2 г) смешивают с 0,2 г фенил-(4,6-диметоксипиридин-2-ил)карбата и 7 мл ацетонитрила, к полученной смеси при перемешивании добавляют 0,11 г 1,8-дiazобисцикло[5.4.0]-7-ундецена, и смесь выдерживают 1 ч при комнатной температуре. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и слабо подкисляют соляной кислотой. Образовавшийся осадок отфильтровывают, промывают водой и после высушивания получают 0,25 г целевого продукта (соединение 2) с температурой плавления 145-147°C.

Пример синтеза 2. Синтез 6-[(N-этил-N-этилсульфонил)амино]-N-[(4,6-диметокси-пиримидин-2-ил)амино]карбонил-2-пиридинсульфонамида (соединение 18 в табл.2)

1) Смешивают 2 г 2-амино-6-бензилтиопиридина и 30 мл тетрагидрофурана, к смеси добавляют 0,52 г порошковой гидроокиси калия, после перемешивают при комнатной температуре. Полученную смесь охлаждают льдом, к охлажденной смеси по каплям прибавляют 2,38 г этансульфонилхлорида и перемешивают 30 мин при комнатной температуре. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (1:1) и получением 0,9 г

RU 2054427 C1

RU 2054427 C1

N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)этансульфонамида с температурой плавления 87-92 °С.

2) Полученный на предыдущей стадии 1 N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)этансульфон-амид (0,85 г) смешивают с 15 мл тетрагидрофурана, полученную смесь охлаждают льдом, добавляют 0,13 г гидрида натрия (60 мас.), после чего перемешивают при комнатной температуре. Затем добавляют 2 г этилиодида и полученную смесь кипятят 1,5 ч. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (1:1) и получением 0,75 г маслянистого N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)-N-этилэтансульфон-амида.

3) Полученный на стадии 2 N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)-N-этилэтансульфонамид (0,75 г) смешивают с 20 мл уксусной кислоты и 15 мл воды, полученную смесь охлаждают от -5 до 0 °С и через охлажденную смесь пропускают газообразный хлор. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт промывают водой, сушат над безводным сульфатом натрия и затем через него в течение часа пропускают при комнатной температуре газообразный аммиак. После завершения реакции реакционную смесь фильтруют, фильтрат концентрируют при пониженном давлении и оставляют на некоторое время. Последующим промыванием отвержденного остатка этилацетатом и н-гексаном получают 0,6 г 6-[(N-этил-N-этилсульфонил)амино]-2-пиридинсульфон-амида (промежуточное соединение 17 в табл.1) с температурой плавления 115-118 °С.

4) Полученный на стадии 3 6-[(N-этил-N-этилсульфонил)амино]-2-пиридинсульфонамид (0,21 г) смешивают с 0,2 г фенил-(4,6-диметоксипиримидин-2-ил)карбамата и 7 мл ацетонитрила, к полученной смеси при перемешивании добавляют 0,11 г 1,8-дизабзобисцикло[5.4.0]-7-ундецена и при комнатной температуре 30 мин ведут реакцию. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и слабо подкисляют соляной кислотой. Образовавшийся осадок отфильтровывают и его промыванием водой с последующим высушиванием получают 0,25 г целевого продукта (соединение 18) с температурой плавления 165-170 °С.

Пример синтеза 3. Синтез 6-[(N-этил-N-изопропилсульфонил)амино]-N-[[[4,6-диметоксипиримидин-2-ил)амино] карбонил] -2- пиридинсульфонамида (соединение 22 в табл.2).

1) В автоклаве смешивают 12 г 2-бензилтио-6-бромпиридина, 70 мл водного раствора этиламина (40 мас.) и каталитическое количество хлорида меди (I) и нагревают 4 ч при 180 °С. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт промывают водой, сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной

хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (1:10) и получением 5,5 г маслянистого 2-бензилтио-6-этиламинопиридина.

2) Смешивают 2 г полученного на стадии 1 2-бензилтио-6-этиламинопиридина с 2,33 г изопропилсульфонилхлорида, и смесь перемешивают примерно сутки при 80-100 °С. По окончании реакции к реакционной смеси добавляют хлористый метилен, полученную смесь промывают водой, сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (1:10) и получением 0,2 г маслянистого N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)-N-этилпропилсульфонамида.

3) Полученный на стадии 2 N-(6-бензилтиопиридин-2-ил)-N-этилпропилсульфонамид (0,2 г) смешивают с 25 мл уксусной кислоты и 20 мл воды, полученную смесь охлаждают от -5 до 0 °С и для проведения реакции через охлажденную смесь пропускают газообразный хлор. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт промывают водой, сушат над безводным сульфатом натрия, после чего в него для проведения реакции пропускают 30 мин при комнатной температуре газообразный аммиак. После завершения реакции реакционную смесь фильтруют и фильтрат концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (3:1) и получением 0,12 г маслянистого 6-[(N-этил-N-изопропилсульфонил)амино]-2-пиридинсульфонамида (промежуточное соединение 21 в табл.1).

4) Полученный на стадии 3 6-[(N-этил-N-изопропилсульфонил)амино]-2-пиридинсульфонамид (0,12 г) смешивают с 0,11 г фенил-(4,6-диметоксипиримидин-2-ил)карбамата и 7 мл ацетонитрила, к смеси добавляют 59 мл 1,8-дизабзобисцикло[5.4.0]-7-ундецена, после чего при комнатной температуре в течение 30 мин проводят реакцию. По окончании реакции реакционную смесь переносят в воду, слабо подкисляют соляной кислотой и экстрагируют хлористым метиленом. Экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и концентрируют при пониженном давлении. Полученный остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле с элюированием смесью этилацетат-гексан (4:1) и получением 0,11 г целевого продукта (соединение 22) с температурой плавления 163-166 °С.

Представительные примеры промежуточных соединений общей формулы (II-1), синтезированных по существу приведенными способами, перечислены в табл.1, а представительные примеры замещенных производных пиридинсульфонамида общей формулы (I), полученных по существу приведенным способом, перечислены в табл.2.

В качестве активных компонентов гербицидов замещенные производные пиридинсульфонамиды или их соли

настоящего изобретения, как станет очевидным из примеров испытаний, обладают широким спектром гербицидного действия в низких дозировках, при одновременной безопасности для сои, пшеницы, хлопка и т.д.

Предлагаемый гербицид может быть внесен в самых различных местах, в том числе сельскохозяйственных угодьях, таких как суходольные поля, сады и посадки шелковицы, и несельскохозяйственных угодьях, таких как леса, сельские дороги, игровые площадки и заводские окрестности. Способ нанесения гербицида может быть произвольно выбран из способа обработки внесением на почву и способа обработки внесением на листву. Гербицид может быть нанесен в виде состава, такого как dust, гранулы, диспергируемые в воде гранулы, смачиваемый порошок, эмульгируемый концентрат, растворимый концентрат и суспензионный концентрат, который получают смешиванием предлагаемого замещенного производного пиридинсульфонамида или его соли в качестве активного компонента обычно с носителем и, если необходимо, дополнительно с другими различными вспомогательными веществами, выбранными из разбавителей, растворителей, эмульгаторов, структураторов, поверхностно-активные вещества и т.д. Приемлемое отношение по массе в смеси активного компонента к сельскохозяйственным добавкам может быть в интервале (1:99)-(90:10), предпочтительно в интервале (5: 95)-(75: 25). Приемлемое количество, предназначенное для использования эффективного компонента, не может быть однозначно указано, поскольку оно меняется в зависимости от погодных условий, состояния почвы, формы указанного состава, вида обрабатываемых сорняков и времени внесения гербицида. Тем не менее, количество вносимого активного компонента обычно находится в интервале 0,005-50 г/а, предпочтительно в интервале 0,01-10 г/а, более предпочтительно 0,05-5 г/а.

Предлагаемый гербицид может быть использован в смеси или сочетании с, по меньшей мере, одним ингредиентом или компонентом, выбранным из других сельскохозяйственных химикатов, сельскохозяйственных добавок, уменьшающих фитотоксичность агентов и т.д. с целью несколько улучшить его действие и назначение. Гербицид может быть использован в смеси или сочетании с другим гербицидом, и в этом случае иногда может быть достигнут синергический эффект.

Примеры других гербицидов.

Производные феноксипропионата, такие как:

этиловый эфир
(±)-2-[4-[(6-хлор-2-хиноксалинил)окси]фенокс и пропионовой кислоты (тривиальное название квисалофорэтил);

этиловый эфир
(±)-2-[4-[(6-хлор-бензоксазолил)окси]фенокси] пропионовой кислоты (тривиальное название фенокса-пропэтил);

бутиловый эфир
(±)-2-[4-[(5-(трифторметил)-2-пиридинил)окси] фенокси] пропионовой кислоты (тривиальное название флуазифоп бутил);

метилловый эфир
2-[4-[[3-хлор-5-(трифторметил)-2-пиридинил]ок

си] фенокси] пропионовой кислоты (тривиальное название галоксифон метил);

2-этоксипропиловый эфир

2-[4-[[3-хлор-5-(трифторметил)-2-пиридинил]окси] фенокси]пропионовой кислоты (тривиальное название галоксифон этотил);

(R)-2-[[[(1-метилэтилен)амино] окси]этиловый эфир

2-[4-[(6-хлор-2-хиноксалинил)окси] фенокси] пропионовой кислоты (тривиальное название пропакфизафоп);

производные дифенилового эфира, такие как:

натрий-5-[2-хлор-4-(трифторметил)фенокси]-2-нитробензоат (тривиальное название ацифлуорфен натрий);

(±)-2-этоксипропиловый эфир

5-[2-хлор-4-(трифторметил)-фенокси]-2-нитробензоат (тривиальное название лактофен);

5-[2-хлор-4-(трифторметил)фенокси]-N-(метилсульфонил)-2-нитробензамид

(тривиальное название фомзафен);

производные галоацетамида, такие как:

2-хлор-N-(2-этил-6-метилфенил)-N-(2-метокси-1-метилэтил)ацетамид (тривиальное название метолахлор);

2-хлор-N-(2,6-диэтилфенил)-N-(метоксиметил)ацетамид (тривиальное название алахлор);

производные имидазолинона, такие как:

(±)-2-[4,5-дигидро-4-метил-4-(1-метилэтил)-5-оксо-1Н-имидазол-2-ил]

5-этил-3-пиридинкарбоновая кислота (тривиальное название имазетхапир);

2-[4,5-дигидро-4-метил-4-(1-метилэтил)-5-оксо-1Н-имидазол-2-ил] -3-хинолинкарбоновая кислота (тривиальное название имазаквин);

производные динитроанилина, такие как:

2,6-динитро-N, N-дипропил-4-(трифторметил)анилин (тривиальное название трифлуралин);

N-(1-этилпропил)-3,4-диметил-2,6-динитроанилин (тривиальное название пендиметалин);

производные карбамата, такие как:

3-[(метоксикарбонил)амино]фенил-(3-метилфенил)карбамат (тривиальное название фенмедифам);

этил-[3-[[[(фениламино)карбонил]окси]фенил]карбамат (тривиальное название дезмедифам);

производные циклогександиона, такие как:

2-[1-(этоксимино)бутил]-5-[2-(этилтио)пропил]-3-гидрокси-2-циклогексен-1-он

(тривиальное название зетоксидим);

и прочие соединения, такие как:

3-(1-метилэтилен)-(1H)-2,1,3-бензотиа-диазин-4(3H)-он-2,2-диоксид (тривиальное название бентазон);

этил-4-[[[(4-хлор-6-метокси-2-пиримидинил)амино] карбонил]]амино]

сульфонил]бензоат (тривиальное название хлоримуронэтил);

4-(2,4-дихлорфенокси)масляная кислота (тривиальное название 2,4-ДБ);

3-(3,4-дихлорфенил)-1-метокси-1-метилмо

чевина (тривиальное название линурон);

4-амино-6-(1,1-диметилэтил)-3-(метил-тио)-1,2,4-триазин-5(4H)-он (тривиальное название метрибузин);

7-оксабицикло[2.2.1]гептан-2,3-дикарбоновая кислота (тривиальное название эндоталь);

S-этилдипропилкарбамотиат (тривиальное название ЭРТС);

(±)-2-этокси-2,3-дигидро-3,3-диметил 5-бензофуранилметансульфонат (тривиальное название этофумезат);

5-амино-4-хлор-2-фенил-3(2H)-пиридазинон (тривиальное название хлоридазон).

Замещенное производное пиридинсульфонамида или его соль может быть использовано в качестве активного компонента гербицида в количестве 0,05-5 г/а в сочетании с перечисленными другими соединениями в количестве 0,01-50 г/а. В частности, производные феноксипропионата, производные имидазолинона и производные циклогександиона могут быть использованы в количестве 0,2-5 г/а, а производные галоацетамидов и производные динитроанилина могут быть использованы в количестве 5-30 г/а в сочетании с замещенным производным пиридинсульфонамида или его соль настоящего изобретения. Кроме того, синергический эффект может быть достигнут при использовании в качестве другого гербицида следующих соединений в смеси или сочетании и гербицидом настоящего изобретения.

Производные сульфонилмочевины, такие как:

метил-2-[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]амино]сульфонил]бензоат (тривиальное название метсульфуронметил); метил-2-[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)метиламино]карбонил]амино]сульфонил]бензоат (тривиальное название трибенуронметил);

2-хлор-N-[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]бензолсульфонамид (тривиальное название хлорсульфурон);

метил-3-[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]амино]сульфонил]-2-тиофенкарбоксилат (тривиальное название тиаметурон-метил); производные феноксипропионата, такие как:

метилловый эфир (±)-2-[4-(2,4-дихлорфенокси)фенокси]пропионовой кислоты (тривиальное название дихлофопметил);

производные имидазолинона, такие как:

смесь метил-6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-м-толуата и метил-2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-п-толуата (тривиальное название имазаметабенз);

и прочие соединения, такие как:

1,2-диметил-3,5-дифенил-1H-пиразолий-метилсульфат (тривиальное название дифензокват-метилсульфат);

3,5-дибром-4-гидроксибензонитрил (тривиальное название бромоксинил);

4-гидрокси-3,5-дидодбензонитрил (тривиальное название йоксинил);

2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота (тривиальное название 2,4-Д);

S-(2,3,4-трихлор-2-пропенил)-бис(1-метилэтил)карбамотиот (тривиальное название триаллат);

4-хлор-2-метилфеноксиуксусная кислота (тривиальное название MCPA);

3,6-дихлор-2-пиридинкарбоновая кислота (тривиальное название клопиралид);

0-(6-хлор-3-фенил-4-пиридазинил)-S-октил-тиокарбонотиоат (тривиальное название

пиридат);

3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота (тривиальное название дикамба);

N'-(3,4-дихлорфенил)-N,N-диметилмочевины (тривиальное название диурон);

4-амино-3,5,6-трихлор-2-пиридинкарбоновая кислота (тривиальное название пиклорам); N,N-диметил-N'-[3-(трифторметил)фенил]мочевина (тривиальное название флуометурон);

2-[[4-хлор-6-(этиламино)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]-2-метилпропионитрил (тривиальное название цианазин);

N-(3,4-дихлорфенил)пропанамид (тривиальное название пропанил);

N,N'-бис(1-метилэтил)-6-(метилтио)-1,3,5-триазин-2,4-диамин (тривиальное название прометрин);

динатриевая соль метиларсоновой кислоты (тривиальное название DSMA);

мононатриевая соль метиларсоновой кислоты (тривиальное название MSMA);

2-хлор-1-(3-этокси-4-нитрофенокси)-4-(трифторметил)бензол (тривиальное название оксифлурфен);

0,0-бис-(1-метилэтил)-S-[2-[(фенилсульфонил)амино]этил] фосфородитиоат (тривиальное название бенсулид);

2-(3,4-дихлорфенил)-4-метил-1,2,4-оксадиазолидин-3,5-дион (тривиальное название метазол);

4-хлор-5-(метиламино)-2-[3-(трифторметил)фенил]-3(2H)-пирадазинон (тривиальное название норфлуразон);

2-хлор-6-(4,6-диметоксипиримидин-2-илтио)бензоат;

этил-2-хлор-6-(4,6-диметоксипиримидин-2-илтио)бензоат;

натрий-2-хлор-6-(4,6-диметоксипиримидин-2-илтио)бензоат.

Замещенное производное пиридинсульфонамида или его соль в качестве активного компонента гербицида настоящего изобретения может быть использовано в количестве 0,05-5 г/а в сочетании с приведенными выше в качестве примеров другими соединениями с количеством 0,01-50 г/а.

Примеры испытаний с применением предлагаемого гербицида.

Пример испытаний 1. Горшки площадью 100 м² заполняют суходольной почвой и затем в горшочки высевают семена различных растений. Выращиваемые растения получают следующие обозначения:

Рис (*Oryza saliva*) (OR)

Соя (*Glycine max*) (GL)

Хлопок (*Gossypium*) (GO)

Кукуруза (*Zea mays*) (ZE)

Пшеница (*Triticum*) (TR)

Дурнишник (*Xanthium strumarium*) (XA)

Вьюнок пурпурный (*Ipomaea purpurea*) (IP)

Грудинка колючая (*Sida spinosa*) (SI)

Ширица тонкая (*Amarathus viridis*) (AM)

Куриное просо (*Echinochloa crus-galli*) (EC)

Росичка большая (*Digitaria adscendens*) (DI)

Когда каждое растение достигает заданной стадии роста (стадия в 1,3-3 листа для риса, стадия от первичного листа до 1,2 листа для сои, стадия в 2,3-4,1 листа для кукурузы, стадия от появления семядоли до 1,1 листа для хлопка, стадия в 2,2-3 листа для пшеницы, стадия в 1-3,2 листа для дурнишника, стадия в 0,3-2 листа для вьюнка

пурпурного, стадия в 0,1-1,8 листа для грудинки колючей, стадия в 0,3-2,4 листа ширицы тонкой, стадия в 1,7-2,3 листа для проса петушиного и стадия в 1,4-3,1 листа для росички большой), отвечивают заданное количество предлагаемого гербицида в виде смачиваемого порошка, разбавляют водой до 5 л/а, смешивают в количестве 0,2 об. в пересчете на полученную композицию с сельскохозяйственным структуратором, после чего наносят на листовую растения небольшим опрыскивателем. Ход развития растения наблюдают визуалью спустя 17-29 дней после нанесения на листову с выявлением степени контроля роста, оцениваемой по 10-бальной шкале (1 то же, что и в необработанном горшке, 10 отличный контроль роста). Полученные результаты приведены в табл.3.

Пример испытаний 2. Горшочки с поверхностью в 1/10000 а заполняют суходольной почвой и затем в них высевают семена различных растений. Высеянные растения обозначаются следующим образом:

Соя (Glycine max) (GL)
Канатник Теофраста (Abutilon avicennae) (AB)

Кассия восточная (Cassia obtusifolia) (CA)
Когда каждое растение достигает заданной стадии роста стадия в 0,1 листа для сои, стадия в 1,1 листа для канатника Теофраста и стадия в 0,1 листа для кассии восточной), отвечивают определенное количество гербицида настоящего изобретения в виде смачиваемого порошка, разбавляют водой до 5 л/а, смешивают в количестве 0,2 об. в пересчете на полученную композицию с сельскохозяйственным структуратором и небольшим опрыскивателем наносят на листову растения. Ход развития растения наблюдают визуалью спустя 28 дней после нанесения на листову с выявлением степени контроля роста, которую оценивают по 10-бальной шкале, что и в примере испытаний 1. Полученные результаты приведены в табл.4.

Пример испытаний 3. Горшочки с площадью поверхности 1/3000 и 1/10000 а заполняют суходольной почвой и в них высевают семена различных растений. Выращиваемые растения обозначены следующим образом: Горшок Название 1/3000 а соя (Glycine max) (GL) 1/10000 а дурнишник (Xanth-

hium strumarium) (XA) 1/10000 а вьюнок пурпурный (Ipomoea purpurea) (IP) 1/10000 а ширица тонкая (Amaranthus viridis) (AM) 1/10000 а канатник Теофраста (Abutilon avicennae) (AB) 1/10000 а кассия восточная (Cassia obtusifolia) (CA)

Когда каждое растение достигает определенной стадии роста (стадия в 0,5 листа для сои, стадия в 1 лист для дурнишника, стадия в 1,1 листа для вьюнка пурпурного, стадия в 1,4 листа для ширицы тонкой, стадия в 1,2 листа для канатника Теофраста и стадия в 0,2 листа для кассии восточной), отвечивают заданное количество предлагаемого гербицида в виде смачиваемого порошка, разбавляют водой до 5 л/а, подмешивают сельскохозяйственный структуратор в количестве 0,2 об. в

пересчете на полученную композицию и небольшим опрыскивателем наносят на листову растений. Визуальный осмотр сои и других растений проводят спустя соответственно 18 и 24 дня после обработки листы с выявлением степени контроля роста по 10-бальной шкале, что и в примере 1. Полученные результаты приведены в табл.5.

Пример испытаний 4. Горшочки с площадью поверхности 1/3000 и 1/10000 а заполняют суходольной почвой и в них высевают семена различных растений. Выращиваемые растения обозначаются следующим образом: Горшок Название 1/3000 а соя (Glycine max) (GL) 1/10000 а дурнишник (Xanth-

hium strumarium) (XA) 1/10000 а вьюнок пурпурный (Ipomoea purpurea) (IP) 1/10000 а ширица тонкая (Amaranthus viridis) (AM) 1/10000 а канатник Теофраста (Abutilon avicennae) (AB) 1/10000 а кассия восточная (Cassia obtusifolia) (CA)

Когда каждое растение достигает определенной стадии роста (стадия первичного листа для сои, стадия в 2 листа для дурнишника, стадия в 1,2 листа для вьюнка пурпурного, стадия в 1,2 листа для ширицы тонкой, стадия в 1,3 листа для канатника Теофраста и стадия в 0,2 листа для кассии восточной), отвечивают заданное количество предлагаемого гербицида в виде смачиваемого порошка, разбавляют водой до 5 л/а, подмешивают сельскохозяйственный структуратор в количестве 0,2 об. в пересчете на полученную композицию небольшим опрыскивателем наносят на листову растений. Визуальный осмотр сои и других растений проводят соответственно спустя 20 дней и 25 дней после обработки листы с выявлением степени контроля роста по 10-бальной шкале. Полученные результаты приведены в табл.6.

Пример испытаний 5. Горшочки с площадью поверхности 1/10000 а заполняют суходольной почвой и в них высевают семена различных растений. Выращиваемые растения обозначают следующим образом:

Пшеница (Triticum) (TR)
Овес дикий (Avena fatua) (AV)

Когда каждое растение достигает определенной стадии роста (стадия в 2,1 листа для пшеницы и стадия в 1 лист для овса дикого), отвечивают заданное количество предлагаемого гербицида в виде смачиваемого порошка, разбавляют водой до 5 л/а, подмешивают сельскохозяйственный структуратор в количестве 0,2 об. в пересчете на полученную композицию и небольшим опрыскивателем наносят на листову растений. Ход развития растений наблюдают визуалью спустя 19 дней после обработки листы с выявлением степени контроля роста по 10-бальной шкале. Полученные результаты приведены в табл.7.

Пример испытаний 6. Горшочки с площадью поверхности 1/10000 а заполняют суходольной почвой и в них высевают семена различных растений. Выращиваемые растения обозначены следующим образом:

Хлопок (Gossypium) (GO)
Кассия восточная (Cassia obtusifolia) (CA)
Росичка большая (Digitaria adscendens)

(D1)

Когда каждое растение достигает определенной стадии роста (стадия появления семян для хлопка, стадия в 0,2 листа для кассии восточной и стадия в 2,9 листа для росички большой), отweighивают заданное количество предлагаемого гербицида в виде смачиваемого порошка, разбавляют водой до 5 л/а, подмешивают сельскохозяйственный структуратор в количестве 0,2 об. в пересчете на полученную композицию и небольшим опрыскивателем наносят на листья растений. Ход развития растений наблюдают визуально спустя 28 дней после обработки листьев с выявлением степени контроля роста по 10-балльной шкале. Полученные результаты приведены в табл.8.

Примеры составов предлагаемого гербицида.

Пример 1. Состав, мас.ч.

Глина (фирменное наименование Ньюлит)

97 Полиоксидиленоктил-фениловый эфир, предварительно смешанный с белой сажей (фирменное наименование (Диксол W-92) 2 Соединение 18

1 Приведенные компоненты смешивают друг с другом и размельчают с образованием дуста.

Пример 2. Состав, мас.ч. Соединение 22 75

Полимер типа поликарбоновой кислоты (фирменное наименование (Демол EP, порошок)

13,5 NaCl 10 Декстрин 0,5

Алкилсульфонат (фирменное наименование TP-89121) 1

Перечисленные компоненты помещают в высокоскоростной гранулятор, добавляют 20 мас. воды, гранулируют и после высушивания получают диспергируемые в воде гранулы.

Пример 3. Состав мас.ч. Каолин 78

Продукт конденсации натриевой соли нафталинсульфокислоты с формалином (фирменное наименование Лавалин FAN) 2

Сульфат натрияполиоксидиленалкиларилового эфира, предварительно смешанного с белой сажей (фирменное наименование Сорпол 5039) 5

Белая сажа (фирменное наименование Карплекс) 15

Смесь перечисленных компонентов смешивают с соединением 2 в отношении по массе 9:1 с образованием смачиваемого порошка.

Пример 4. Состав, мас.ч. Диатомовая земля 63

Аммониевая соль сульфата полиоксидиленалкиларилового эфира, предварительно смешанная с белой сажей (фирменное наименование Диксол W-66) 5

Диалкилсульфосукцинат, предварительно смешанный с белой сажей (фир-

менное наименование Диксол W-09B) 2

Соединение 18 30

Приведенные компоненты смешивают друг с другом с образованием смачиваемого порошка.

5 Пример 5. Состав, мас.

Микropорошковый тальк (фирменное наименование Най-Филлер N 10) 33

10 Диалкилсульфосукцинат, предварительно смешанный с белой сажей (фирменное наименование Сорпол 5050) 3

15 Смесь сульфата полиоксидиленалкиларилового эфира с карбонатом полиоксидиленомометилэфиrom, предварительно смешанная с белой сажей (фирменное наименование Сорпол 5073) 4

Соединение 22 60

Приведенные компоненты смешивают друг с другом с получением смачиваемого порошка.

25 Пример 6. Состав, мас. Соединение 24 Кукурузное масло 79

30 Смесь диалкилсульфосукцината, полиоксидиленнонилфенилового эфира, полиоксидилен-(гидрированное касторовое масло) эфиров полиглицерина с жирными кислотами (фирменное наименование Сорпол 3815) 15

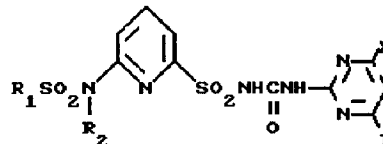
35 Бентонит-алкиламинный комплекс 2

Перечисленные компоненты равномерно смешивают друг с другом и размельчают в Дуино-дробилке (производства Вилли эт Бархофеи Кс.) с получением суспензионного концентрата.

40 **Формула изобретения:**

1. Замещенные производные пиридинсульфонамида общей формулы I

45



50 где R₁ - C₁ - C₅-алкильная группа, C₁ - C₃-галогеналкил, C₁ - C₂-алкокси-C₁ - C₂-алкильная группа, винильная группа, C₃ - C₆-циклоалкильная группа или фенильная группа, возможно замещенная галогеном, трифторметильной группой или нитрогруппой;

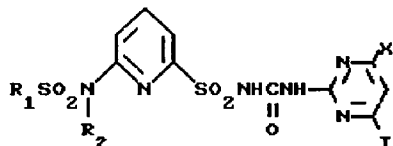
55 R₂ - C₁ - C₄-алкильная группа или C₁ - C₃-галогеналкильная группа;

или R₁ и R₂ вместе могут образовывать -/CH₂_n-группу, где n = 3 или 4, а заместители X и Y независимо друг от друга - метильная группа или метоксигруппа.

60 2. Соединение по п. 1, отличающееся тем, что заместитель R₁ - C₁ - C₅-алкильная группа, C₁ - C₃-галогеналкильная группа или C₃ - C₆-циклоалкильная группа, заместитель R₂ - C₁ - C₄-алкильная группа

или $C_1 - C_3$ -галогеналкильная группа, а заместители X и Y независимо друг от друга метильная группа или метоксигруппа.

2. Гербицидная композиция, включающая активный ингредиент - замещенное пиридинсульфонамидное соединение и целевые добавки, отличающаяся тем, что в качестве замещенного пиридинсульфонамидного соединения используют соединение общей формулы I



где $R_1 - C_1 - C_5$ -алкильная группа, $C_1 - C_3$ -галогеналкильная группа, винильная группа, $C_3 - C_6$ -циклоалкильная группа или фенильная группа, возможно замещенная галогеном, трифторметильной группой или нитрогруппой;

$R_2 - C_1 - C_4$ -алкильная группа, $C_1 - C_3$ -галогеналкильная группа;

R_1 и R_2 - вместе могут образовывать $-(CH_2)_n$ -группу, где N принимает значение 3 или 4;

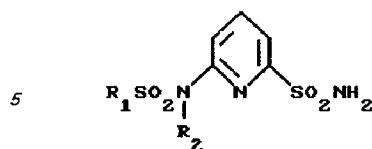
X и Y - независимо друг от друга метильная группа или метоксигруппа при следующем содержании ингредиентов, мас.ч.:

Активный ингредиент - 1 - 75

Целевые добавки - Остальное до 100

4. Производные пиридинсульфонамида

общей формулы II



или заместитель $R_1 - C_1 - C_5$ -алкильная группа, $C_1 - C_3$ -галогеналкильная группа, $C_1 - C_2$ -алкокси- $C_1 - C_2$ -алкильная группа, винильная группа, $C_3 - C_6$ -циклоалкильная группа или фенильная группа, возможно замещенная галогеном, трифторметильной группой или нитрогруппой;

$R_2 - C_1 - C_4$ -алкильная группа или $C_1 - C_3$ -галогеналкильная группа, или R_1 и R_2 вместе образуют $-(CH_2)_n$ -группу, где N = 3 или 4.

Приоритет по пунктам и признакам:

24.01.91 - соединения 1 по п.1, где $R_1 - C_1 - C_5$ -алкил, $C_1 - C_3$ -галогеналкил, $C_3 - C_6$ -циклоалкил; $R_2 - C_1 - C_4$ -алкил, $C_1 - C_3$ -галогеналкил или R_1 и R_2 вместе могут образовывать $-(CH_2)_n$ -группу, где n = 3 - 4;

X и Y - метил; метоксигруппа; соединения II по п.4, где R_1, R_2 имеют там же значения, что и у соединения I.

12.07.91 - соединения 1 по п.1, где $R_1 -$ винил, фенил, возможно замещенный атомом галогена, трифторметилом или нитрогруппа; соединения II по п.4, где R_1 имеет те же значения, что и у соединения I.

35

40

45

50

55



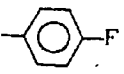
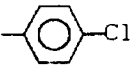
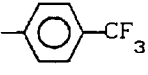
60

Таблица 1

Промежуточное соединение	R ₁	R ₂	Т. пл., °С
1	CH ₃	CH ₃	118-119
2	CH ₃	C ₂ H ₅	140-143
3	CH ₃	н-С ₃ H ₇	100-104
4	C ₂ H ₅	CH ₃	
5	CF ₃	CH ₃	
6	CF ₃	C ₂ H ₅	148-151
7	CF ₃	н-С ₃ H ₇	142-145
8	CF ₃	н-С ₄ H ₉	138-140
9	CH ₃	изо-С ₃ H ₇	179-181
10	CF ₃	изо-С ₃ H ₇	
11	изо-С ₃ H ₇	CH ₃	130-133
12	циклопропил	CH ₃	132-134
13	CH ₃	циклопропил	
14	$\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$		224-229
15	$\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$		175-176
16	$\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$		

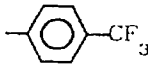
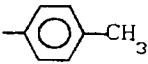
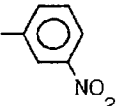
RU 2054427 C1

RU 2054427 C1

Промежуточное соединение	R ₁	R ₂	Т. пл., °С
17	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	115–118
18	C ₂ H ₅	н-C ₃ H ₇	111–115
19	н-C ₃ H ₇	CH ₃	маслянистое в-во
20	н-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	125–128
21	изо-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	маслянистое в-во
22	н-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	70–73
23	трет-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	
24	н-C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅	
25	CH ₂ CF ₃	C ₂ H ₅	108–109
26	(CH ₂) ₃ Cl	C ₂ H ₅	маслянистое в-во
27	(CH ₂) ₃ Cl	C ₂ H ₅	
28	C ₂ H ₅ OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
29	CH(CH ₃)CH ₂ OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
30	CH=CH ₂	CH ₃	
31	CH=CH ₂	C ₂ H ₅	75–79
32	CH=CHCF ₃	C ₂ H ₅	
33	циклогексил	C ₂ H ₅	123–124
34	циклопропил	C ₂ H ₅	137–139
35	C ₂ H ₅	циклопропил	
36	циклопентил	C ₂ H ₅	маслянистое в-во
37		CH ₃	96–99
38		C ₂ H ₅	маслянистое в-во
39		CH ₃	маслянистое в-во
40		C ₂ H ₅	маслянистое в-во
41		CH ₃	маслянистое в-во

RU 2 0 5 4 4 2 7 C 1

RU 2 0 5 4 4 2 7 C 1

Промежуточное соединение	R ₁	R ₂	T, пл., °C
42		C ₂ H ₅	98–100
43		CH ₃	
44		C ₂ H ₅	185–188
45	втор-С ₄ H ₉	CH ₃	95–96
46	втор-С ₄ H ₉	C ₂ H ₅	маслянистое в-во
47	втор-С ₄ H ₉	н-С ₃ H ₇	
48	втор-С ₄ H ₉	изо-С ₃ H ₇	
49	изо-С ₃ H ₇	н-С ₃ H ₇	маслянистое в-во
50	изо-С ₄ H ₉	C ₂ H ₅	маслянистое в-во
51	н-С ₄ H ₉	CH ₃	маслянистое в-во
52	(CH ₂) ₂ CH(CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	маслянистое в-во
53	(CH ₂) ₂ CH(CH ₃) ₂	CH ₃	маслянистое в-во
54	CH ₃	CHF ₂	126–128
55	C ₂ H ₅	CHF ₂	106–109
56	циклогексил	CH ₃	маслянистое в-во
57	трет-С ₄ H ₉	CH ₃	
58	CH ₃	CH ₂ CF ₃	
59	C ₂ H ₅	CH ₂ CF ₃	
60	изо-С ₃ H ₇	CH ₂ CF ₃	
61	C ₂ H ₅	изо-С ₃ H ₇	183–185
62	н-С ₃ H ₇	изо-С ₃ H ₇	
63	циклопропил	н-С ₃ H ₇	
64	н-С ₃ H ₇	циклопропил	
65	CH ₃	н-С ₄ H ₉	
66	C ₂ H ₅	н-С ₄ H ₉	
67	н-С ₃ H ₇	н-С ₄ H ₉	
68	изо-С ₃ H ₇	н-С ₄ H ₉	
69	CH ₃	втор-С ₄ H ₉	
70	C ₂ H ₅	втор-С ₄ H ₉	

RU 2054427 C1



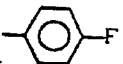
RU 2054427 C1

Продолжение табл. 1

Промежуточное соединение	R ₁	R ₂	Т. пл., °С
71	н-С ₃ H ₇	втор-С ₄ H ₉	142–144 маслянистое в-во
72	изо-С ₃ H ₇	втор-С ₄ H ₉	
73	СН ₃	изо-С ₄ H ₉	
74	С ₂ H ₅	изо-С ₄ H ₉	
75	н-С ₃ H ₇	изо-С ₄ H ₉	
76	изо-С ₃ H ₇	изо-С ₄ H ₉	
77	н-С ₃ H ₇	н-С ₃ H ₇	
78	изо-С ₃ H ₇	изо-С ₃ H ₇	
79	циклопропил	изо-С ₃ H ₇	
80	изо-С ₄ H ₉	СН ₃	
81	циклобутил	СН ₃	
82	циклобутил	С ₂ H ₅	
83	циклобутил	н-С ₃ H ₇	
84	циклобутил	изо-С ₃ H ₇	
85	изо-С ₄ H ₉	н-С ₃ H ₇	
86	изо-С ₄ H ₉	изо-С ₃ H ₇	
87	н-С ₄ H ₉	н-С ₃ H ₇	
88	н-С ₄ H ₉	изо-С ₃ H ₇	

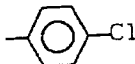
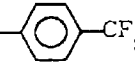
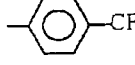
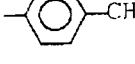
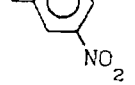
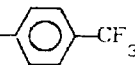
Т а б л и ц а 2

Соедине- ние	R ₁	R ₂	X	Y	Т. пл., °С
1	СН ₃	СН ₃	ОСН ₃	ОСН ₃	176–177
2	СН ₃	С ₂ H ₅	ОСН ₃	ОСН ₃	145–147
3	СН ₃	н-С ₃ H ₇	ОСН ₃	ОСН ₃	85–88
4	С ₂ H ₅	СН ₃	ОСН ₃	ОСН ₃	161–163
5	CF ₃	СН ₃	ОСН ₃	ОСН ₃	вязкое в-во
6	CF ₃	С ₂ H ₅	ОСН ₃	ОСН ₃	179–180
7	CF ₃	н-С ₃ H ₇	ОСН ₃	ОСН ₃	159–161
8	CF ₃	н-С ₄ H ₉	ОСН ₃	ОСН ₃	116–118
9	CF ₃	изо-С ₃ H ₇	ОСН ₃	ОСН ₃	132–138
10	CF ₃	изо-С ₃ H ₇	ОСН ₃	ОСН ₃	
11	изо-С ₃ H ₇	СН ₃	ОСН ₃	ОСН ₃	143–146

Соединение	R ₁	R ₂	X	Y	T. пл., °C
12	циклопропил	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	164-168
13	CH ₃	циклопропил	OCH ₃	OCH ₃	
14	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	OCH ₃	
15		$\text{-(CH}_2\text{)}_3$	OCH ₃	OCH ₃	191-194
16		$\text{-(CH}_2\text{)}_4$	OCH ₃	OCH ₃	182-185
17		$\text{-(CH}_2\text{)}_5$	OCH ₃	OCH ₃	
18	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	165-170
19	C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	140-143
20	n-C ₃ H ₇	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	175-178
21	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	151-154
22	изо-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	163-166
23	n-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	155-158
24	трет-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	
25	n-C ₆ H ₁₃	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	
26	CH ₂ CF ₃	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	184-185
27	(CH ₂) ₃ Cl	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	156-159
28	(CH ₂) ₃ CF ₃	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	
29	C ₂ H ₅ OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	
30	CH(CH ₃)CH ₂ OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	
31	CH=CH ₂	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	150-152
32	CH=CH ₂	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	145-148
33	CH=CHCF ₃	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	
34	циклогексил	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	148-149
35	циклопропил	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	169-172
36	C ₂ H ₅	циклопропил	OCH ₃	OCH ₃	
37	циклопентил	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	135-138
38		CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	170-174
39		C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	142-145
40		CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	193-197

RU 2054427 C1

RU 2054427 C1

Соединение	R ₁	R ₂	X	Y	Т. пл., °С
41		C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	166-169
42		CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	122-124
43		C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	157-160
44		C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	
45		C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	161-164
46	втор-С ₄ H ₉	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	153-154
47	втор-С ₄ H ₉	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	136-137
48	втор-С ₄ H ₉	н-С ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
49	втор-С ₄ H ₉	изо-С ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
50	изо-С ₃ H ₇	н-С ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	163-166
51	изо-С ₄ H ₉	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	150-153
52	н-С ₄ H ₉	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	175-177
53	(CH ₂) ₂ CH(CH ₃) ₂	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	139-140
54	(CH ₂) ₂ CH(CH ₃) ₂	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	158-159
55	CH ₃	CHF ₂	OCH ₃	OCH ₃	155-157
56	C ₂ H ₅	CHF ₂	OCH ₃	OCH ₃	157-159
57	циклогексил	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	164-165
58		CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	93-95
59	трет-С ₄ H ₉	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	
60	CH ₃	CH ₂ CF ₃	OCH ₃	OCH ₃	
61	C ₂ H ₅	CH ₂ CF ₃	OCH ₃	OCH ₃	

RU 2054427 C1

RU 2054427 C1

Соединение	R ₁	R ₂	X	Y	Т. пл., °C
62	изо-C ₃ H ₇	CH ₂ CF ₃	OCH ₃	OCH ₃	125-129
63	C ₂ H ₅	изо-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
64	н-C ₃ H ₇	изо-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
65	циклопропил	н-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
66	н-C ₃ H ₇	циклопропил	OCH ₃	OCH ₃	
67	CH ₃	н-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
68	C ₂ H ₅	н-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
69	н-C ₃ H ₇	н-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
70	изо-C ₃ H ₇	н-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
71	CH ₃	втор-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
72	C ₂ H ₅	втор-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
73	н-C ₃ H ₇	втор-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
74	изо-C ₃ H ₇	втор-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
75	CH ₃	изо-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
76	C ₂ H ₅	изо-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
77	н-C ₃ H ₇	изо-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
78	изо-C ₃ H ₇	изо-C ₄ H ₉	OCH ₃	OCH ₃	
79	н-C ₃ H ₇	н-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
80	изо-C ₃ H ₇	изо-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
81	циклопропил	изо-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
82	изо-C ₄ H ₉	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	
83	циклобутил	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	167-169
84	циклобутил	C ₂ H ₅	OCH ₃	OCH ₃	169-170
85	циклобутил	н-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
86	циклобутил	изо-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
87	изо-C ₄ H ₉	н-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
88	изо-C ₄ H ₉	изо-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
89	н-C ₄ H ₉	н-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
90	н-C ₄ H ₉	изо-C ₃ H ₇	OCH ₃	OCH ₃	
91	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	OCH ₃	
92	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	
93	C ₂ H ₅	н-C ₃ H ₇	CH ₃	OCH ₃	
94	C ₂ H ₅	н-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	
95	изо-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	CH ₃	OCH ₃	
96	изо-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	
97	циклопропил	C ₂ H ₅	CH ₃	OCH ₃	

RU 2054427 C1

RU 2054427 C1

Продолжение табл. 2

Соединение	R ₁	R ₂	X	Y	T. пл., °C
98	циклопропил	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	
99	втор-С ₄ H ₉	C ₂ H ₅	CH ₃	OCH ₃	
100	втор-С ₄ H ₉	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	
101	C ₂ H ₅	изо-С ₃ H ₇	CH ₃	OCH ₃	
102	C ₂ H ₅	изо-С ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	

RU 2054427 C1

RU 2054427 C1

1С 205427 RU

Таблица 3

Соеди- нение	Кол-во актив- но го компонента. г/а	Растение										День осмотра после обрабо- тки листьев	
		OR	GL	ZE	GO	TR	XA	IP	SI	AM	EC		DI
1	1,25	8	7	10	8		9	7	7	7	5		18
2	1,25	8	3	10		5	10	8	5	6	9	9	
3	0,31	7	2	9		1	6	5	3	3	7	2	29
	1,25	7	3	10		8	9	7	6	9	9	8	
4	0,31	5	3	8		5	4	5	5	8	10	7	22
	0,31	8	4	9		4	8	8	8	9	8	10	22
5	1,25	8	10	10			10	9	6	10	7		
6	0,31	8	10	10	9		10	9	6	9	5		24
	1,25	9	9	9	8		10	9	8	10	9		
7	0,31	7	10	8	9		10	9	7	10	7		20
	1,25	7	9	9	9		10	10	8	10	7		
8	0,31	6	9	8	9		10	7	6	9	7		20
	1,25	6	7	9	8		10	10	5	9	7		
11	0,31	6	5	8	7		10	3	4	7			20
	1,25	8	7	10	5		10	10	6	10	10	3	
	0,31	7	6	10			10	10	5	10	10	3	21

RU 205427 C1

10 224902 RU

Продолжение табл. 3

Соединение	Кол-во активно-го компонента, г/а	Растение											День осмотра после обработки листьев
		OR	GL	ZE	GO	TR	XA	IP	SI	AM	EC	DI	
15	1,25	2	3	3		4	9	6	6	9	4	4	29
-	0,31	2	2	2		3	7	5	6	8	3	3	
18	1,25	9	3	10		5	9	9	5		9	10	
19	0,31	7	2	10		4	9	7	3	7	7	9	29
	1,25	6	5	10		4	10	7	6	9	10	9	
20	0,31	5	5	10		2	9	6	3	5	9	9	23
	1,25	7	4	7		2	9	8	5	5	1	5	
21	0,31	7	1	7		1	8	7	3	3	1	1	21
	1,25	6	7	10		2	10	7	3	7	6	4	
22	0,31	5	7	9		1	9	6	2	6	4	3	23
	1,25	6	3	10		6	10	9	8	10	8	5	
23	0,31	6	2	10		5	10	8	6	10	8	3	20
	1,25	1	4	3		2	7	5	6	9	2	2	

RU 2054427 C1

10 205427 RU

Продолжение табл. 3

Соединение	Кол-во активно-го компонента, г/а	Растение										День осмотра после обработки листьев	
		OR	GL	ZE	GO	TR	XA	IP	SI	AM	EC		DI
26	1,25	2	3	3		3	5	6	7	6	3	3	20
	0,31	2	2	1		3	4	5	5	5	2	2	
27	1,25	2	1	3		3	9	3	4	7	4	3	
	0,31	1	1	2		3	8	1	2	6	3	3	20
31	1,25	7	7	10		4	9	10	6	9	5	3	
	0,31	6	7	9		2	9	9	3	9	3	2	18
32	1,25	3	6	4		4	9	9	7	10	3	3	
	0,31	1	6	4		3	9	9	6	10	1	3	18
34	1,25	8	6	10	9		7	9	7	9	10	4	
	0,31	6	5	10	4		6	7	6	9	9	4	24
37	1,25	8	9	10	6		10	7	10	10	10	6	
	0,31	7	9	10	5		10	6	10	10	10	5	21
38	1,25	1	4	3		3	10	8	3	5	1	2	
	0,31	1	3	1		2	8	7	1	5	1	2	18

RU 205427 C1

1 С 1 2 0 5 4 2 7 RU

Продолжение табл. 3

Соединение	Кол-во активно-го компонента. г/а	Растение											День осмотра после обработки листьев
		OR	GL	ZE	GO	TR	XA	IP	SI	AM	EC	DI	
39	1,25	1	6	1		1	9	4	6	9	4	1	20
	0,31	1	3	1		1	9	3	5	8	2	1	
40	1,25	5	4	1		3	10	10	5	10	1	5	
	0,31	4	1	1		2	7	7	2	7	1	4	
41	1,25	1	3	1		2	9	6	6	8	1	2	20
	0,31	1	2	1		1	6	4	4	6	1	1	
42	1,25	7	10	10		7	10	9	6	10	1	2	
	0,31	6	10	6		4	10	9	4	10	1	2	
43	1,25	4	9	6		3	10	9	7	10	4	4	22
	0,31	4	9	4		2	9	6	6	10	4	2	
45	1,25	3	3	3		3	8	7	3	7	3	3	
46	1,25	5	5	10	3		10	10	6	10	10	3	26
	0,31	4	4	10	2		9	8	4	10	10	1	

RU 2 0 5 4 4 2 7 C 1

1С 204902 RU

Продолжение табл. 3

Соединение	Кол-во активно-го компонента, г/а	Растение											День осмотра после обработки листьев
		OR	GL	ZE	GO	TR	XA	IP	SI	AM	EC	DI	
47	1,25	5	8	10	4		9	7	6	9	9	5	17
50	0,31	5	6	10	3		9	6	5	9	8	4	
	1,25	7	4	10	6		10	10	6	10	10	4	
52	0,31	6	3	10	5		10	10	5	10	10	3	21
	1,25	5	1	3	4		7	6	6	9	4	6	
53	0,31	4	1	1	3		6	3	5	7	3	5	26
	1,25	2	4	4	3		10	4	3	6	4	2	
55	1,25	4	3	3	4		7	3	4	7	3	4	17
56	1,25	6	7	9	6		10	4	6	9	6	6	
57	0,31	5	7	10	6		9	3	5	7	5	6	21
	1,25	5	8	10	5		7	6	4	9	8	3	
58	0,31	4	6	10	4		7	5	4	8	7	2	22
	1,25	7	6	4		6	6	6	2	6	3	6	

RU 2054427 C1

Таблица 4

Соединение	Количество активного компонента, г/а	Растение		
		GL	AB	CA
2	5	4	10	9-10
	1,25	3	9	8

Таблица 5

Соединение	Количество активного компонента, г/а	Растение					
		GL	XA	IP	AM	AB	CA
18	1,25	2	9	8	6	9	6

Таблица 6

Соединение	Количество активного компонента, г/а	Растение					
		GL	XA	IP	AM	AB	CA
22	1,25	3	9-10	9-10	7	10	6-7

Таблица 7

Соединение	Количество активного компонента, г/а	Растение	
		TR	AV
47	1,25	3	8-9
	0,31	2-3	8
	0,08	2	7

Таблица 8

Соединение	Количество активного компонента, г/а	Растение		
		CO	CA	PI
19	1,25	3	8-9	8-9
	0,31	2	7-8	7-8
	0,08	1	6	6-7

RU 2054427 C1

RU 2054427 C1